



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) EP 0 735 027 B1

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
17.09.1997 Patentblatt 1997/38

(51) Int. Cl.⁶: C07D 229/00, C08G 18/79

(21) Anmeldenummer: 96101010.5

(22) Anmeldetag: 25.01.1996

(54) **Verfahren zur Herstellung von (cyclo)aliphatischen Uretditionen mit verbesserter Farbqualität**

Process for the preparation of (cyclo)aliphatic uretdiones with improved color quality

Procédé de préparation d'uretdiones (cyclo)aliphatiques ayant une meilleure qualité de couleur

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

(30) Priorität: 25.03.1995 DE 19510956

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.10.1996 Patentblatt 1996/40

(73) Patentinhaber: HÜLS AKTIENGESELLSCHAFT
45764 Marl (DE)

(72) Erfinder:
• Schmitt, Felix, Dr.
D-45701 Herten (DE)
• Elmar, Wolf, Dr.
D-45661 Recklinghausen (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A-0 045 995	EP-A-0 173 252
EP-A-0 317 744	EP-A-0 478 990
WO-A-93/19049	

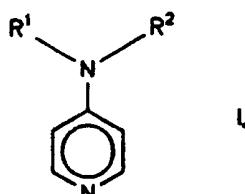
EP 0 735 027 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschr. Ibung

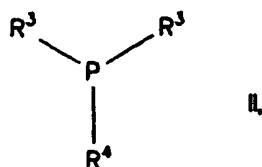
Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von (cyclo)aliphatischen Uretdionen mit verbesselter Farbqualität. Derartige Uretdione, deren Herstellung in der DE-OS 37 39 549 beschrieben sind, lassen sich zu lichtechten PUR-Pulvern verarbeiten. Ein Nachteil dieser (cyclo)aliphatischen Uretdione der DE-OS 37 39 549 ist ihre mehr oder minder starke Verfärbung. Es ist grundsätzlich bekannt, Uretdione durch Dimerisierung von Isocyanaten in Gegenwart bestimmter Katalysatoren herzustellen. So beschreibt die EP-A-173 252 die Verwendung von tert. Phosphinen oder peralkylierten Phosphorigsäuretriamiden als Katalysatoren. Bei der Dimerisierung von (cyclo)aliphatischen Isocyanaten mit tert. Phosphinen werden neben dem erwünschten Uretdion aber auch Isocyanurate erhalten, deren Anwesenheit für eine Reihe von Anwendungen unerwünscht ist, da Isocyanurate trifunktionell sind und zur Vernetzung neigen. Mit diesem Nachteil sind die peralkylierten Phosphorigsäuretriamide nicht behaftet. Diese Katalysatoren neigen aber in Gegenwart von Luftsauerstoff zur Bildung von Phosphorsäuretriamiden, die im Verdacht stehen, cancerogen zu sein. Die WO-A-93/19049 demonstriert, daß N,N-Dialkylaminopyridine an Polymere fixiert werden können, ohne ihre katalytische Aktivität zu verlieren. Nachteil der auf Basis von N,N-Dialkylaminopyridinen hergestellten (cyclo)aliphatischen Uretdione ist ihre mehr oder minder starke Verfärbung. Überraschenderweise konnten diese Verfärbungen weitgehend beseitigt werden, wenn bei der Dimerisierung des Diisocyanates eine dreibindige Phosphorverbindung zugegen war.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von (cyclo)aliphatischen Uretdionen mit verbesselter Farbqualität durch Umsetzung von (cyclo)aliphatischen Diisocyanaten, gegebenenfalls in einem inerten Lösungsmittel, mit Hilfe von 0,5 bis 3 Gew.-% Katalysatoren der allgemeinen Formel I



30

wobei R¹ und R² gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 C-Atomen darstellen oder mit dem am Ring gebundenen N-Atom einen gemeinsamen 5- oder 6-Ring bilden können, der anstelle einer CH₂-Gruppe eine CH-CH₃-Gruppe, eine N-CH₃-Gruppe oder ein O-Atom enthalten kann, in Gegenwart von 0,1 bis 4 Gew.-% Phosphorverbindungen der allgemeinen Formel II



45 wobei R³ und R⁴ gleiche oder verschiedene aromatische oder araliphatische Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen oder OR¹ oder OH bedeuten, wobei bei Temperaturen von 0 bis 60 °C zunächst bis zu einem Umsatz von 5 bis 70 % dimerisiert wird und danach das gebildete 1,3-Diazacyclobutandion-2,4 ohne vorhergehende Desaktivierung des Katalysators aus dem Reaktionsgemisch durch Dünnschichtdestillation als Rückstand sowie Katalysator, Phosphorverbindungen und nicht umgesetztes Diisocyanat als Destillat isoliert werden.

50 Die Katalysatoren werden in Mengen von 0,5 bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-%, eingesetzt. Es handelt sich hierbei um N,N-disubstituierte 4-Aminopyridin-Derivate, wie z. B. 4-Dimethylaminopyridin, 4-Diethylaminopyridin, 4-Pyrrolidinopyridin, 4-Piperidinopyridin und 4-(4-Methylpiperidino)-pyridin.

Bei den Phosphorverbindungen handelt es sich um dreibindige Phosphorverbindungen, wie z. B. Triphenylphosphin, Triethylphosphit, Tributylphosphit, Dibutylphosphit und Dibenzylphosphit. Sie werden in Mengen von 0,1 bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.-%, dem zu dimerisierenden Diisocyanat zugesetzt. Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten (cyclo)aliphatischen Diisocyanate enthalten 6 bis 15 C-Atome.

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt derartig, daß zunächst mit Hilfe des beschriebenen Katalysators und der Phosphorverbindungen bis zu einem Umsatz, der die Förderung des Reaktionsgemisches im flüssigen Zustand (bei Raumtemperatur) noch zuläßt (40 bis 60 % Diisocyanat-Umsatz), dimerisiert wird, und danach

EP 0 735 027 B1

das nicht umgesetzte Diisocyanat mit dem Katalysator und der Phosphorverbindung durch Dünnschichtdestillation vom Reaktionsprodukt abgetrennt wird.

Das abdestillierte Diisocyanat (plus Katalysator und Phosphorverbindung) kann wieder zur Reaktion eingesetzt werden.

5 Die Reaktionstemperatur liegt in einem Bereich von 0 bis 60 °C, vorzugsweise 10 bis 30 °C. Bei höheren Temperaturen macht sich deutlich die katalytische Umwandlung des Uretdions in das entsprechende Isocyanurat bemerkbar.

Die Reaktionszeit, die Zeit, in der z. B. 40 bis 60 % des Diisocyanats umgesetzt sind, hängt (bei konstanter Temperatur) in hohem Maß von der Konzentration sowie von der Art des eingesetzten Katalysators ab. Sie beträgt in der Regel 10 bis 90 h. Die Reaktion kann in polaren Lösungsmitteln, wie Estern, Ethern und Ketonen, oder Lösungsmittel-
10 frei durchgeführt werden. Bevorzugt arbeitet man lösungsmittelfrei.

Die Aufarbeitung des Reaktionsgemisches erfolgt, wie bereits angeführt, durch Dünnschichtdestillation bei 100 bis 180 °C und 0,01 bis 0,5 mbar.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Uretdione zeichnen sich gegenüber den Uretdionen der DE-OS 37 39 549 durch eine verbesserte Farbqualität aus.

15

Beispiele 1 bis 12

Die in der nachfolgenden Tabelle aufgeführten Uretdione des Isophorondiisocyanats (IPDI) wurden so hergestellt,
daß man in einer 1. Stufe IPDI mit dem Katalysator und der Phosphorverbindung bei 25 °C unter N₂-Abdeckung bis zu
20 einem Umsatz von 30 bis 40 % umsetzte, und in einem 2. Schritt das nicht umgesetzte IPDI mit dem Katalysator und
Phosphorverbindung durch Dünnschichtdestillation bei 140 °C/0,1 mbar vom Reaktionsprodukt, das nur geringe Spuren
an Katalysator (0,05 %) und Phosphorverbindung (< 0,1 %) enthielt, abtrennte.

25

30

35

40

45

50

55

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

Tabelle 1: Katalytische Dimerisierung von IPDI in Gegenwart von Triphenylphosphin

IPDI	Beispiel	1 (Ver- gleich)		2 (Ver- gleich)		3 (Ver- gleich)		4 (Ver- gleich)		5 (Ver- gleich)		6 (Ver- gleich)		7 (Ver- gleich)		8 (Ver- gleich)	
		↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
4-Dimethylamino- pyridin	Gew.-%	1	2	1	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4-Pyrrolidonyridin	Gew.-%	-	-	-	-	1	2	1	2	1	2	1	2	1	1	1	1
Triphenylphosphin	Gew.-%	-	-	1	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Reaktionszeit [h]		72	25	72	25	41	18	41	18	41	18	41	18	41	18	41	18
% NCO		29,7	30,0	29,2	29,6	29,5	29,0	28,9	28,9	28,9	28,9	28,9	28,9	28,9	28,9	28,9	28,9
n_D^{25}		1,4932	1,4925	1,4942	1,4940	1,4929	1,4940	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948	1,4948
Farbe (Hazen)		267	389	114	112	303	361	130	130	130	130	130	130	130	130	130	130

↓ Dünnenschichtdestillation 140 °C/0,1 mbar

% NCO	17,6	17,9	17,8	17,8	17,5	17,6	17,4	17,8
% IPDI	0,6	0,7	0,6	0,6	0,3	0,3	0,5	0,3
Farbzahl Hazen (70 %ig in Butylacetat)	248	227	147	219	308	401	250	223

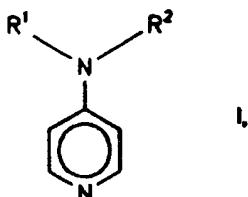
Tabelle 2

Katalytische Dimerisierung von IPDI in Gegenwart von Tributylphosphit					
	Beispiel	9	10	11	12
IPDI			↔		
DMAP Gew.-%	1	2	-	-	
4-Pyrrolidinopyridin Gew.-%	-	-	1	2	
Tributylphosphit Gew.-%	1	2	1	1	
Reaktionszeit [h]	72	25	41	18	
% NCO	29,6	29,9	29,2	29,0	
n_D^{25}	1,4933	1,4924	1,4942	1,4948	
Farbzahl (Hazen)	94	97	112	136	
\downarrow Dünnenschichtdestillation 140 °C/0,1 mbar					
% NCO	17,6	17,7	17,8	17,8	
% IPDI	0,4	0,3	0,4	0,5	
Farbzahl (Hazen) (70 %ig in Butylacetat)	102	106	118	125	

25

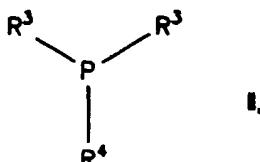
Patentansprüche

- 30 1. Verfahren zur Herstellung von (cyclo)aliphatischen Uretdionen mit verbesserter Farbqualität durch Umsetzung von (cyclo)aliphatischen Diisocyanaten, gegebenenfalls in einem inerten Lösungsmittel, mit Hilfe von 0,5 bis 3 Gew.-% Katalysatoren der allgemeinen Formel I



- 45 wobei R¹ und R² gleiche oder verschiedene Alkylreste mit 1 bis 8 C-Atomen darstellen oder mit dem am Ring gebundenen N-Atom einen gemeinsamen 5- oder 6-Ring bilden können, der anstelle einer CH₂-Gruppe eine CH-CH₃-Gruppe, eine N-CH₃-Gruppe oder ein O-Atom enthalten kann, in Gegenwart von 0,1 bis 4 Gew.-% Phosphorverbindungen der allgemeinen Formel II

50



wobei R³ und R⁴ gleiche oder verschiedene aromatische oder araliphatische Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 10

EP 0 735 027 B1

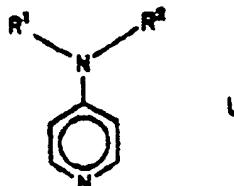
Kohlenstoffatomen oder OR¹ oder OH bedeuten, wobei bei Temperaturen von 0 bis 60 °C zunächst bis zu einem Umsatz von 5 bis 70 % dimerisiert wird und danach das gebildete 1,3-Diazacyclobutandion-2,4 ohne vorhergehende Desaktivierung des Katalysators aus dem Reaktionsgemisch durch Dünnschichtdestillation als Rückstand, sowie Katalysator, Phosphorverbindungen und nicht umgesetztes Diisocyanat als Destillat, isoliert werden.

- 5 2. Verfahren nach Anspruch 1,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß die Umsetzung bei Temperaturen von 10 bis 30 °C erfolgt.
- 10 3. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 2,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß die Katalysatoren in Mengen von 1 bis 2 Gew.-% eingesetzt werden.
- 15 4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß die Phosphorverbindungen in Mengen von 0,5 bis 2 Gew.-% eingesetzt werden.
- 20 5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß nach einem Umsatz von 20 bis 50 % mit der Dünnschichtdestillation begonnen wird.
- 25 6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß als Katalysator 4-Dimethylaminopyridin, 4-Diethylaminopyridin, 4-Pyrrolidinopyridin, 4-Piperidinopyridin und 4-(4-Methylpiperidino)-pyridin, eingesetzt werden.
- 30 7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß als Phosphorverbindung Triphenylphosphin, Triethylphosphit, Tributylphosphit, Dibutylphosphit und Dibenzylphosphit, eingesetzt werden.
- 35 8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß die Umsetzung lösemittelfrei erfolgt.
9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß als Diisocyanat Isophorondiisocyanat eingesetzt wird.

40 Claims

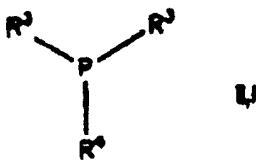
1. A process for the preparation of (cyclo)aliphatic uretdiones of improved colour quality by reaction of (cyclo)aliphatic diisocyanates, if desired in an inert solvent, with the aid of from 0.5 to 3% by weight of catalysts of the general formula I

45



55

in which R¹ and R² are identical or different alkyl radicals of 1 to 8 carbon atoms or, together with the nitrogen atom attached to the ring, can form a conjoint 5-membered or 6-membered ring which can contain, instead of one CH₂ group, a CH-CH₃ group, a N-CH₃ group or an oxygen atom, in the presence of from 0.1 to 4% by weight of phosphorus compounds of the general formula II



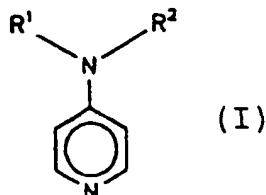
in which R³ and R⁴ are identical or different aromatic or araliphatic hydrocarbon radicals of 1 to 10 carbon atoms or are OR¹ or OH, dimerization first being carried out at temperatures of from 0 to 60°C up to a conversion of from 5 to 70% and then the 1,3-diazacyclobutane-2,4-dione formed being isolated, without prior deactivation of the catalyst, from the reaction mixture by thin-film distillation as the residue, and catalyst, phosphorus compounds and unreacted diisocyanate being isolated from the reaction mixture by thin-film distillation as the distillate.

- 15
2. A process according to claim 1, characterized in that the reaction is carried out at temperatures of from 10 to 30°C.
 3. A process according to one or both of claims 1 and 2, characterized in that the catalysts are employed in quantities of from 1 to 2% by weight.
 - 20
 4. A process according to at least one of claims 1 to 3, characterized in that the phosphorus compounds are employed in quantities of from 0.5 to 2% by weight.
 5. A process according to at least one of claims 1 to 4, characterized in that thin-film distillation is begun after a conversion of from 20 to 50%.
 - 25
 6. A process according to at least one of claims 1 to 5, characterized in that 4-dimethylaminopyridine, 4-diethylaminopyridine, 4-pyrrolidinopyridine, 4-piperidinopyridine and 4-(4-methylpiperidino)-pyridine are employed as catalyst.
 - 30
 7. A process according to at least one of claims 1 to 6, characterized in that triphenylphosphine, triethyl phosphite, tributyl phosphite, dibutyl phosphite and dibenzyl phosphite are employed as phosphorus compound.
 8. A process according to at least one of claims 1 to 7, characterized in that the reaction is carried out without solvent.
 - 35
 9. A process according to at least one of claims 1 to 8, characterized in that isophorone diisocyanate is employed as diisocyanate.

40 Revendications

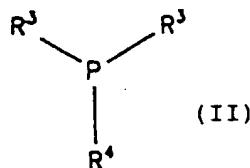
1. Procédé pour la fabrication d'uretdiones aliphatiques (cycliques) avec une qualité de couleur améliorée, au moyen de la transformation de diisocyanates aliphatiques (cycliques), le cas échéant dans un solvant inert, à l'aide de 0,5 à 3 % en poids de catalyseurs selon la formule générale I

45



55

où R¹ et R² représentent des radicaux alkyles égaux ou différents, comportant 1 à 8 atomes de carbone ou qui peuvent former un cycle à 5 ou 6 atomes en commun avec l'atome d'azote lié au cycle, lequel peut comporter au lieu d'un groupe CH₂ un groupe CH-CH₃, un groupe N-CH₃ ou un atome d'oxygène, en présence de 0,1 à 4 % en poids de compose phosphorique selon la formule générale II



10 où R^3 et R^4 représentent des radicaux hydrocarbures égaux ou différents, aromatiques ou araliphatiques, comportant 1 à 10 atomes de carbone où OR^1 ou OH , où l'on dimérisé à des températures comprises entre 0°C et 60°C d'abords jusqu'à un taux de transformation de 5 à 70 % et où l'on isole ensuite le 1,3-diazacyclobutanedione-2,4 formé du mélange réactionnel, sans désactivation du catalyseur préalable, comme résidu au moyen d'une distillation à couche mince, et le catalyseur, les composés phosphoriques et le diisocyanate non transformé comme distillat.

- 15
2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce que
la transformation est effectuée à des températures comprises entre 10°C et 30°C.
 3. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 2,
caractérisé en ce que
les catalyseurs sont mis en oeuvre en quantités de 1 à 2 % en poids.

25

 4. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 3,
caractérisé en ce que
les composés phosphoriques sont mis en oeuvre en quantités de 0,5 à 2 % en poids.
 5. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 4,
caractérisé en ce que
l'on commence la distillation à couche mince après avoir atteint un taux de transformation de 20 à 50 %.
 - 30
 6. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 5,
caractérisé en ce que
que l'on utilise comme catalyseur la 4-diméthylaminopyridine, la 4-diéthylaminopyridine, la 4-pyrrolidinopyridine, la 4-pipéridinopyridine et la 4-(4-méthyl-pipéridino)-pyridine.
 7. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 6,
40 caractérisé en ce que
l'on utilise comme composé phosphorique la triphénylphosphine, le triéthylphosphite, le tributylphosphite, le dibutylphosphite et le dibenzylphosphite.
 8. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 7,
45 caractérisé en ce que
la transformation a lieu sans solvants.
 9. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 8,
caractérisé en ce que
l'isophoronediisocyanate est utilisé comme diisocyanate.

Bibliographic Information

Coil coating with thermosetting polyurethane compositi ns. Hesselmann-Rink, Christiana; Hilger, Christopher. (BASF Coatings A.-G., Germany). Ger. Offen. (1999), 6 pp. CODEN: GWXXBX DE 19728855 A1 19990107 Patent written in German. Application: DE 97-19728855 19970705. CAN 130:111625 AN 1999:42693 CAPLUS (Copyright 2003 ACS)

Patent Family Information

<u>Patent No.</u>	<u>Kind</u>	<u>Date</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
DE 19728855	A1	19990107	DE 1997-19728855	19970705

Priority Application Information

DE 1997-19728855 19970705

Abstract

The title process, which can be used to give coatings with thickness >30 µm and good weather resistance, uses compns. which are storage-stable at room temp. and contain binders bearing an av. of ≥2 OH groups/mol. and blocked diisocyanates contg. uretdione groups. A binder was prepnd. from 2-ethylhexanoic acid 32.5, pentaerythritol 19.5, diethylene glycol 14, hexahydrophthalic anhydride 16.4, and adipic acid 15.5 parts and mixed (34 parts) with 23 parts curing agent (58% soln. of reaction product of Desmodur-3400 336, diethylene glycol 95, and EtOH 10 g) and ester solvent 9, methoxypropyl acetate 9, Bu₂Sn dilaurate 0.5 and pigments 14 parts. This compn. was coated (110 µm) on primed, galvanized steel and baked at substrate temp. ≤250° for 45 s to give a 45-µm coating with good flexibility and impact and MEK resistance.



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 197 28 855 A 1

⑯ Int. Cl. 6:
C 09 D 175/00

C 09 D 167/00
// C09D 167/08, 5/28,
7/12, 17/00, C08G
63/12, 63/20, 63/46,
63/685, B05D 7/16

⑯ Aktenzeichen: 197 28 855.3
⑯ Anmeldetag: 5. 7. 97
⑯ Offenlegungstag: 7. 1. 99

DE 197 28 855 A 1

<p>⑯ Anmelder: BASF Coatings AG, 48165 Münster, DE</p> <p>⑯ Vertreter: Dres. Fitzner, Münch & Jungblut, Rechts- und Patentanwälte, Ratingen-Berlin, 40878 Ratingen</p>	<p>⑯ Erfinder: Hesselmann-Rink, Christiana, Dr., 48153 Münster, DE; Hilger, Christopher, Dr., 48151 Münster, DE</p>
--	---

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑯ Verfahren zur Beschichtung von Substraten mit hitzehärtbaren Zusammensetzungen
⑯ Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Beschichtung von Substraten im Bandlackierverfahren, wobei eine bei Raumtemperatur lagerstabile hitzehärtbare Beschichtungszusammensetzung, enthaltend
A) ein oder mehrere Bindemittel mit mindestens im Mittel zwei OH-Gruppen pro Molekül,
B) eine oder mehrere endständig blockierte, Uretdionengruppen aufweisende Disocyanatverbindung(en), deren Uretdionengruppen in der Hitze in die entsprechenden Isocyanate rückspaltbar sind und
C) gegebenenfalls weitere geeignete Komponenten eingesetzt wird.

DE 197 28 855 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Beschichtung von Substraten, vorzugsweise aus Metall mittels einer bei Raumtemperatur lagerstabile hitzehärtbare Beschichtungszusammensetzung.

Bereits zu Beginn dieses Jahrhunderts sind viele der heute üblichen Bandlackierverfahren entwickelt worden. In den 30er Jahren kam dann in Europa mit der elektrolytischen Verzinkung (Weißblech) und der Feuerverzinkung breiter Bänder der wesentliche Durchbruch. Seit 1959, als die erste Feuerverzinkungsanlage in Betrieb genommen wurde, gibt es in Deutschland ein zunehmendes Angebot von Feinblech mit veredelten Oberflächen, beginnend mit den Standardzeugnissen und den in den 70er und 80er Jahren zahlreichen weiteren Varianten.

In den letzten Jahren hat die blechverarbeitende Industrie derartige Flacherzeugnisse mit metallischen Überzügen und/oder organischen Beschichtungen in steigendem Maß eingesetzt. Fortschritte bei der Anlagentechnik, auf dem Werkstoffgebiet und bei den Verarbeitungsverfahren haben die Umstellung von Stückveredelung auf das vorveredelte Bleche oder die Kombination beider begünstigt. Die immer komplexer werdenden Anforderungen an die Werkstoffe haben dazu geführt, daß die Vorteile des Trägerwerkstoffes Stahl, z. B. Festigkeit, Umformbarkeit und Speißeignung, mit den spezifischen neuen Eigenschaften, z. B. Korrosionsbeständigkeit und dekoratives Aussehen, verbunden werden konnten.

Die Einsatzgebiete der mittels dieser Verfahren (sog. Coil-Coating) beschichteten Bleche sind sehr vielfältig. Für den Architekturbereich, insbesondere für den Außenbereich, gibt es zahllose Anwendungen. Ebenso finden beschichtete Bleche im Bauinnernbereich für Wände, Möbel, Lampen und elektrische Haushaltsgeräte Verwendung. Eine zunehmende Anwendungspalette ergibt sich ferner im Fahrzeugbau. LKW-Aufbauten und Automobilanbauteile werden vielfach aus vorbeschichteten Materialien gefertigt. Wohnwagen und Aufbauten für Wohnmobile werden fast ausnahmslos aus beschichteten Blechen hergestellt.

Aufgrund der vorstehend aufgezeigten Anwendungsgebiete ergeben sich vielfältige Anforderungen an die Beschichtungen der Bleche. Insbesondere muß eine große Flexibilität und Umformbarkeit mit einer hervorragenden Haftung der Beschichtung verbunden werden. Dies ist insbesondere dann erforderlich, wenn das beschichtete Material in kleinen Radien gebogen werden muß.

Gleichzeitig muß ein Werkstoff für die Weiterverarbeitung angeboten werden, der den höchsten Ansprüchen gerecht wird: Dicke, Farbton, Oberflächenbeschaffenheit und Verhalten unter Belastung. Diese Eigenschaften müssen auch beim Biegen sowie Schneiden der Bleche erhalten bleiben.

Für die Anwendungsgebiete im Außenbereich gilt ferner, daß die Beschichtungen eine gute Bewitterungsstabilität aufweisen müssen.

Für den Außenbereich sind aus dem Stand der Technik beispielsweise PVC-Plastirole bekannt. Derartige Beschichtungen weisen eine gute Oberflächenbeschaffenheit und ein gutes Verhalten unter Belastung sowie Biegen und Schneiden auf. Das PVC ist jedoch nicht besonders bewitterungsstabil, was durch eine hohe Schichtdicke und somit hohen Materialverbrauch, ausgeglichen wird. Ein weiterer Nachteil ist, daß PVC aufgrund des Chlorgehalts im Molekül ökologisch bedenklich ist.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Beschichtung von Substraten im Bandlackierverfahren zur Verfügung zu stellen, das eine Beschich-

tung ergibt, die die oben beschriebenen Anforderungen an die Beschichtungen von Metallsubstraten erfüllt, die ein gutes Bewitterungsverhalten zeigt und die in hohen Schichtdicken, d. h. über 30 µm applizierbar ist.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß eine bei Raumtemperatur lagerstabile, hitzehärtbare Beschichtungszusammensetzung enthaltend

- A) ein oder mehrere Bindemittel mit mindestens im Mittel zwei OH-Gruppen pro Molekül,
- B) eine oder mehrere endständig blockierte, Uretdiongruppen aufweisende Disocyanatverbindung(en), deren Uretdiongruppen in der Hitze in die entsprechenden Isocyanate rückspaltbar sind und
- C) gegebenenfalls weitere geeignete Komponenten eingesetzt wird.

Überraschenderweise wurde festgestellt, daß die erfundungsgemäß eingesetzten Beschichtungszusammensetzung Beschichtungen auf Substratoberflächen, insbesondere auf Metalloberflächen, liefert, die von hoher und gleichmäßiger Qualität sind und sich durch hervorragende Eigenschaften hinsichtlich der Umformbarkeit, Haltbarkeit, Widerstandsfähigkeit gegen chemische Substanzen, Korrosionsbeständigkeit und insbesondere Bewitterungsbeständigkeit auszeichnen. Gleiches gilt für die Flexibilität und Haftung der Beschichtung. Darüber hinaus wird das beschichtete Substrat allen Ansprüchen bezüglich der Dicke des Lackfilms, Farbton, Oberflächenbeschaffenheit und Verhalten unter Belastung gerecht. Besonders vorteilhaft ist die Bewitterungsstabilität, so daß die beschichteten Substrate insbesondere für die Anwendung im Außenbereich geeignet sind.

Als Bindemittel auf Polyesterbasis können alle bekannten für das Bandlackierverfahren geeigneten Polyesterbindemittel eingesetzt werden.

Die Polyesterbindemittel (A) sind bevorzugt erhältlich durch Umsetzung von

- p1) Polycarbonsäuren oder deren veresterungsfähigen Derivaten, ggf. zusammen mit Monocarbonsäuren,
- p2) Polyolen, ggf. zusammen mit Monoolen,
- p3) ggf. weiteren modifizierenden Komponenten und
- p4) ggf. einer mit dem Reaktionsprodukt aus (p1), (p2) und ggf. (p3) reaktionsfähigen Komponente.

Als Beispiele für Polycarbonsäuren, die als Komponente (p1) eingesetzt werden können, seien aromatische, aliphatische und cycloaliphatische Polycarbonsäuren genannt. Bevorzugt werden als Komponente (p1) aromatische und/oder aliphatische Polycarbonsäuren eingesetzt.

Beispiele für geeignete Polycarbonsäuren sind Phthal säure, Isophthalsäure, Terephthalsäure, Halogenphthalsäuren, wie Tetrachlor- bzw. Tetrabromphthalsäure, Adipinsäure, Glutarsäure, Acelainsäure, Sebacinsäure, Fumarsäure, Maleinsäure, Trimellithsäure, Pyromellithsäure, Tetrahydrophthalsäure, Hexahydrophthalsäure, 1,2-Cyclohexandicarbonsäure, 1,3-Cyclohexandicarbonsäure, 1,4-Cyclohexandicarbonsäure, 4-Methylhexahydrophthalsäure, Endomethylentetrahydrophthalsäure, Tricyclodecan-Dicarbonsäure, Endoethylenhexahydrophthalsäure, Campher säure, Cyclohexantetracarbonsäure, Cyclobutanetracarbonsäure u. a. Die cycloaliphatischen Polycarbonsäuren können sowohl in ihrer cis- als auch in ihrer trans-Form sowie als Gemisch beider Formen eingesetzt werden. Geeignet sind auch die veresterungsfähigen Derivate der obengenannten Polycarbonsäuren, wie z. B. deren ein- oder mehrwertige Ester mit aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 4 C-Atomen oder Hydroxyalkoholen mit 1 bis 4 C-Atomen. Außerdem

können auch die Anhydride der obengenannten Säuren eingesetzt werden, sofern sie existieren.

Gegebenenfalls können zusammen mit den Polycarbonäuren auch Monocarbonsäuren eingesetzt werden, wie beispielsweise Benzoesäure, tert.-Butylbenzoesäure, Laurinsäure, Isononansäure und Fettsäuren natürlich vorkommender Öle. Bevorzugt wird als Monocarbonsäure Isononansäure eingesetzt.

Geeignete Alkoholkomponenten (p2) zur Herstellung des Polyesters (A) sind mehrwertige Alkohole, wie Ethylenglykol, Propandiole, Butandiole, Hexandiole, Neopentylglykol, Diethylenglykol, Cyclohexandiol, Cyclohexanmethanol, Trimethylpentandiol, Ethylbutylpropadiol, Ditrimethylolpropan, Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Glycerin, Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Trishydroxyethylisocyanat, Polyethylenglykol, Polypropylenglykol, gegebenenfalls zusammen mit einwertigen Alkoholen, wie beispielsweise Butanol, Octanol, Laurylalkohol, ethoxylierten bzw. propoxylierten Phenolen.

Als Komponente (p3) zur Herstellung der Polyester (A) geeignet sind insbesondere Verbindungen, die eine gegenüber den funktionellen Gruppen des Polyesters reaktive Gruppe aufweisen, ausgenommen die als Komponente (p4) genannten Verbindungen. Als modifizierende Komponente (p3) werden bevorzugt Polyisocyanate und/oder Diepoxidverbindungen, gegebenenfalls auch Monoisocyanate und/oder Monoepoxidverbindungen verwendet. Geeignete Komponenten (p3) sind beispielsweise in der DE-A-40 24 204 auf Seite 4, Zeilen 4 bis 9, beschrieben.

Als Komponente (p4) zur Herstellung der Polyester bzw. Alkydharze (A) geeignet sind Verbindungen, die außer einer gegenüber den funktionellen Gruppen des Polyesters (A1) reaktiven Gruppe noch eine tertiäre Aminogruppe aufweisen, beispielsweise Monoisocyanate mit mindestens einer tertiären Aminogruppe oder Mercaptoverbindungen mit mindestens einer tertiären Aminogruppe. Wegen Einzelheiten wird auf die DE-A-40 24 204, Seite 4, Zeilen 10 bis 49, verwiesen.

Die Herstellung der Polyester (A) erfolgt nach den bekannten Methoden der Veresterung (vgl. verschiedene Standardwerke, wie z. B.:

1. Temple C. Patton, Alkyd Resin Technology, Interscience Publishers John Wiley & Sons, New York, London 1962;
2. Dr. Johannes Scheiber, Chemie und Technologie der künstlichen Harze, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart, 1943;
3. Hans Wagner + Hans-Friedrich Sarx, Lackkunstharze, 4. Auflage, Karl Hanser Verlag, München, 1959;
4. Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, Band 14, Seiten 80 bis 106 (1963).

Die Umsetzung erfolgt dabei üblicherweise bei Temperaturen zwischen 180 und 280°C, ggf. in Gegenwart eines geeigneten Veresterungskatalysators, wie z. B. Lithiumoctoat, Dibutylzinnoxid, Dibutylzinnldaurat, para-Toluolsulfonsäure u. a.

Üblicherweise wird die Herstellung der Polyester (A) in Gegenwart geringer Mengen eines geeigneten Lösungsmittels als Schleppmittel durchgeführt. Als Schleppmittel werden z. B. aromatische Kohlenwasserstoffe, wie insbesondere Xylool und (cyclo)aliphatische Kohlenwasserstoffe, z. B. Cyclohexan, eingesetzt.

Die erfindungsgemäße Beschichtungszusammensetzung kann noch weitere Bindemittel enthalten, wie z. B. Acrylatharze und sog. Reaktiv-Verdünnner.

Als Acrylatharze werden insbesondere solche eingesetzt,

die als Monomerkomponenten ein oder mehrere Monomere ausgewählt aus der Gruppe 4-Hydroxy-n-Butylacrylat, 4-Hydroxy-n-Butylmethacrylat, 3-Hydroxy-n-Butylacrylat, 3-Hydroxy-n-Butylmethacrylat und/oder Hydroxymethylmethacrylat einpolymerisiert enthält. Als Reaktivverdünnner, die in der erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzung eingesetzt werden können, sind beispielsweise Polyethylen glycol und Polypropylene glycol zu nennen.

Als Komponente B wird eine blockierte, mindestens eine 10 Uretdiongruppe aufweisende Diisocyanatverbindung eingesetzt, deren Uretdiongruppen in der Hitze in die entsprechenden Isocyanate rückspaltbar sind. Vorzugsweise kann die Komponente B außerdem noch Urethan- oder Harnstoffgruppen enthalten.

15 Das Molekulargewicht liegt vorzugsweise zwischen 550 und 4.300, insbesondere zwischen 1.500 und 2.000. Die Verbindungen sind bei Raumtemperatur üblicherweise fest und weisen Schmelzpunkte von > 70°C bis < 130°C, vorzugsweise von 85°C bis 120°C auf.

20 Die erfindungsgemäß geeigneten Polyuretdion-Verbindungen sind im Handel erhältlich oder nach in der organischen Chemie üblichen Verfahren herstellbar, wie sie beispielsweise in der DE-OS 16 70 720 beschrieben werden.

Der Einsatz von Polyuretdionen ist besonders vorteilhaft, 25 da beim Härteln der erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzung kein Blockierungsmittel abgespalten wird.

Als Isocyanate, die ein Basismolekül für die Polyuretdionverbindungen der Komponente B bilden, sind übliche Polyisocyanate, wie sie auf dem Gebiet der Lackchemie bekannt sind, geeignet.

Beispiele für geeignete Isocyanate sind beispielsweise in "Methoden der organischen Chemie", Houben-Weyl, Band 14/2, 4. Auflage, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1963, Seite 61 bis 70, und von W. Sieffken, Liebigs Ann. Chem. 562, 75 bis 136, beschrieben.

Beispielsweise geeignet sind 1,2-Ethylen-diisocyanat, 1,4-Tetramethylene-diisocyanat, 1,6-Hexamethylene-diisocyanat, 2,2,4- bzw. 2,4,4-Trimethyl-1,6-hexamethylene-diisocyanat, 1,12-Dodecanodiisocyanat, ω,ω -Diisocyanato-dipropylether, Cyclobutan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,3- und -1,4-diisocyanat, 2,2- und 2,6-Diisocyanato-1-methylcyclohexan, 3-Isocyanatomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylisocyanat ("Isophorondiisocyanat"), 2,5- und 3,5-Bis(isocyanatomethyl)-8-methyl-1,4-methano-decahydronaphthalin, 1,5-, 2,5-, 1,6- und 2,6-Bis(isocyanatomethyl)-4,7-methanohexahydroindan, 1,5-, 2,5-, 1,6- und 2,6-Bis(isocyanato)-4,7-methanohydroindan, Dicyclohexyl-2,4'- und -4,4'-diisocyanat, 2,4- und 2,6-Hexahydrotolylendiisocyanat, Perhydro-2,4'- und -4,4'-diphenylmethandiisocyanat, ω,ω -Diisocyanato-1,4-diethylbenzol, 1,3- und 1,4-Phenylendiisocyanat, 4,4'-Diisocyanato-diphenyl, 4,4'-Diisocyanato-3,3'-dichloridiphenyl, 4,4'-Diiso-cyanato-3,3'-dimethoxy-diphenyl, 4,4'-Diisocyanato-3,3'-dimethyl-diphenyl, 4,4'-Diisocyanato-3,3'-diphenyl-diphenyl, 2,4'- und 4,4'-Diisocyanatodiphenylmethan, Naphthyl-en-1,5-diisocyanat, Tolylendiisocyanate, wie 2,4- bzw. 2,6-Tolylendiisocyanat, N,N'-(4,4'-Dimethyl-3,3'-diisocyanatodiphenyl)-uretdion, m-Xylylen-diisocyanat, Dicyclohexyl-methandiisocyanat, Tetramethylxylylen-diisocyanat, aber auch Triisocyanate, wie 2,4,4'-Triisocyanatodiphenyl-ether, 4,4',4"-Triisocyanatotriphenylmethan.

45 Vorzugsweise werden aliphatische oder cycloaliphatische Polyisocyanate, insbesondere Hexamethylene-diisocyanat, dimerisiertes und trimerisiertes Hexamethylene-diisocyanat, 50 Isophorondiisocyanat, Dicyclohexylmethan-2,4'-diisocyanat oder Dicyclohexylmethan-4,4'-diisocyanat oder Mischungen aus diesen Polyisocyanaten eingesetzt. Die Polyisocyanatkomponente kann im übrigen auch aus beliebigen

55 Isophorondiisocyanat, Dicyclohexylmethan-2,4'-diisocyanat oder Dicyclohexylmethan-4,4'-diisocyanat oder Mischungen aus diesen Polyisocyanaten eingesetzt. Die Polyisocyanatkomponente kann im übrigen auch aus beliebigen

60 Triisocyanatodiphenyl-ether, 4,4',4"-Triisocyanatotriphenylmethan.

Vorzugsweise werden aliphatische oder cycloaliphatische Polyisocyanate, insbesondere Hexamethylene-diisocyanat, dimerisiertes und trimerisiertes Hexamethylene-diisocyanat, 65 Isophorondiisocyanat, Dicyclohexylmethan-2,4'-diisocyanat oder Dicyclohexylmethan-4,4'-diisocyanat oder Mischungen aus diesen Polyisocyanaten eingesetzt. Die Polyisocyanatkomponente kann im übrigen auch aus beliebigen

Gemischen der beispielhaft genannten Polyisocyanate bestehen.

Bevorzugt werden, ggf. in Kombination mit den obengenannten Polyisocyanaten, Isocyanatgruppen und/oder Biuretgruppen und/oder Allophanatgruppen und/oder Urethangruppen und/oder Harnstoffgruppen aufweisende Polyisocyanate eingesetzt. Urethangruppen aufweisende Polyisocyanate werden beispielsweise durch Umsetzung eines Teils der Isocyanatgruppen mit Alkoholen erhalten. Einsetzbar sind sowohl Mono- als auch Polyalkohole.

Beispiele für einsetzbare einwertige Alkohole sind Methanol, Ethanol, n-Butanol, 2-Ethylhexanol, n-Decanol und Cyclohexanol.

Als Beispiele für Polyalkohole sind Ethylenglycol, Propylen-(1,2)- und -(1,3)-Glycol, Butandiole, 2-Ethyl-Hexandiol-(1,3), Hexandiol-(1,6), Octandiol-(1,8), Nyopentylglycol, 1,4-bis-Hydroxymethylcyclohexan, 3(4)-, 8(9)-bis-Hydroxymethyltricyclodecan, 2-Methylpropandiol-(1,3), 3-Methylpentandiol-(1,5), ferner Diethylenglycol, Troethylenglycol, Tetraethylenglycol, Dipropylenglycol und Dibutylenglycol zu nennen. Bevorzugt findet Butylenglycol-(1,4) als verknüpfendes Diol Anwendung.

Als Komponente C können erfundungsgemäß Katalysatoren, Füllstoffe, Pigmente, Lichtschutzmittel und/oder Lösemittel eingesetzt werden.

Die Erfindung betrifft ferner die Verwendung der beschichteten Substrate zur Herstellung von Bauzubehör, Möbeln, Geräteverkleidung, Fahrzeugkarosserien, Haushaltsgeräten und Lampengehäusen.

Für viele Anwendungen ist die einschichtige Oberflächenlackierung ausreichend. Die Rückseiten der beschichteten Coils sind nur einschichtig lackiert. Es werden als Rückseitenlacke die Primer eingesetzt, weil sie ein exzellentes Haftungs- und Korrosionsschutzverhalten haben.

Auf der Sichtseite werden häufig Einschichtlacke eingesetzt. So ist es für einige Innenanwendungen im Baubereich ausreichend mit einer einschichtigen 20 bis 22 µm dicken Lackschicht zu arbeiten. Auch im Verpackungsbereich werden nur einschichtig lackierte Coils eingesetzt.

Im folgenden soll auf die einzelnen Einsatzgebiete noch detaillierter eingegangen werden.

Für Fassaden und Dächer, aber auch für Bauzubehörteile, wie Türen, Tore und Fensterrahmen, wird als erste Schicht mit 5–8 µm der Polyester- oder Epoxy-Primer aufgetragen. Als Decklack kommt anschließend der oben beschriebene Lack zum Einsatz. Nach der Trocknung kann mit einer Polyethylenfolie der Schutz vor mechanischen Verletzungen bei der weiteren Verarbeitung gewährleistet werden. Diese Folie wird nach der Bauteilmontage vom Objekt wieder abgezogen.

Für die Herstellung von Deckenelementen, Trennwänden, Regalen, Ladenbau, Stahlmöbeln und vielem mehr, wird auf das verwendete Substrat im allgemeinen zunächst ein Polyesterprimer aufgetragen. Die 5–8 µm dicke Schicht wird anschließend mit dem erfundungsgemäßen Lack weiter beschichtet, auf den ggf. noch eine temporäre Schutzfolie aufgetragen wird.

Für Teile, die besonders starker mechanischer Beanspruchung unterworfen sind, ist auch ein Strukturlacksystem einsetzbar. Hier ist aufgrund der Berg- und Talstruktur die Verletzungsanfälligkeit gegen mechanische Verletzungen relativ klein. Die Gesamtschichtdicke liegt bei etwa 32–35 µm, wobei der Strukturlack selbst 12–15 µm, je nach Strukturausprägung, benötigt. Je nach System wird hier eine Biegefähigkeit von T 0,5–T 2,5 erreicht. Als Einsatzgebiete kommen im Innenbereich Trennwände, Deckenelemente und vor allem Kühlhausverkleidungen sowie Regal-, Lager- und Ladenbausysteme in Frage. Aber auch im Außenbereich

werden diese Strukturlacke für Jalousien, Rolläden, Türen und Tore eingesetzt.

Inbesondere für Langfeldleuchten mit sehr komplizierten und engen Biegeradien ist das Zweischichtsystem entwickelt worden. Hier wird auf Normalstahl und Aluminium eine exzelle Biegefähigkeit mit T 0–T 0,5 erreicht. Die Besonderheit dieses Aufbaus liegt darin, daß der Lack gleichzeitig Primer als auch Decklack ist. Der Gesamtdecklackaufbau besteht aus 2×13 µm dieses Lackes. Neben den guten mechanisch-technologischen Eigenschaften ist dieses Lacksystem so konzipiert, daß es trotz des hohen Glanzes mit > 80 Einheiten bei entsprechender Anlageneinstellung mit mehr als 70 m/min gefahren werden kann.

Bei den elektrischen Hausratgeräten werden heute prinzipiell zwei verschiedene Systeme unterschieden. Wird eine glatte Oberfläche gefordert, erfolgt der Aufbau wie auch bei den bisher beschriebenen Systemen. Zum Erreichen einer Oberfläche, die eine Struktur aufweist wie eine konventionell im Spritzverfahren lackierte, wird zunächst ein strukturierter Primer aufgetragen. Über dem anschließend ein glatter Decklack gebracht wird. Diese strukturgebenden Primer für Weiße Ware basieren auf Polyester oder Polyurethan. Als Decklacke werden die oben beschriebenen Lacke eingesetzt.

Im Fahrzeugbau kommen sehr unterschiedliche Anwendungen zum Tragen. Insgesamt müssen bei solchen Spezialitäten die Substrate, Vorbehandlung und der Lack sehr ausgewogen aufeinander abgestimmt werden. Hierbei lassen sich die oben beschriebenen Lacke mit besonderem Vorteil einsetzen.

Die Erfindung wird in den folgenden Beispielen näher erläutert. Alle Angaben über Teile und Prozentsätze sind Gewichtsangaben, falls nicht ausdrücklich etwas anderes festgestellt wird.

Beispiele

- Herstellung eines Bindemittels auf Polyesterbasis, 32,5 Teile 2-Ethylhexansäure, 19,5 Teile Pentaerythrit, 14 Teile Diethylenglycol, 16,4 Teile Hexahydrophthaläsureanhydrid (HPSA), 15,5 Teile Adipinsäure werden in einen für Kondensationsreaktionen geeigneten Reaktor mit Wasserabscheider eingewogen. Das Reaktionsgemisch wird erhitzt und die Kondensationsreaktion wird in an sich bekannter Weise durchgeführt, bis das entstehende Harz eine Säurezahl von < als 8 mg KOH/g aufweist.

- Herstellung eines Polyurethdions als Härter
 - in einem für Additionsreaktionen geeigneten Reaktor werden 336 g Desmodur 3400® (Bayer AG) eingewogen. Es werden 95 g Diethylenglycol und 10 g Ethanol getropft. Das Reaktionsgemisch wird bei 60°C solange gerührt, bis im IR-Spektrum keine Isocyanat-Gruppen erkennbar sind;

- in einem Reaktor werden 580 g Vestagon® BF1540 (Hüls AG) mit 420 g DBE (Lösungsmittel Dibasicester, Fa. Lemro Chemieprodukte) versetzt. Die Mischung wird unter Röhren auf 80°C erwärmt und solange gerührt, bis eine homogene Lösung erhalten wird. Der Festkörpergehalt der Lösung beträgt 58%.

- Herstellung eines Coil-Coating-Lackes 34 Teile des in 1. erhaltenen Bindemittels, 23 Teile der in 2 b) erhaltenen Härterlösung, 9 Teile DBE, 9 Teile Methoxipropylacetat, 0,5 Teile Dibutylzinnlaurat, 14 Teile organische und/oder anorganische Pigmente werden in einer Labormühle gemahlen, bis eine Feinheit < 10 µm

erhalten wird. Der Festkörpergehalt des Lackes beträgt 60%.

Applikation des Lackes

5

Auf ein verzinktes und mit einer PUR-haltigen Grundierung versehenes Stahlblech (Blechstärke 0,75 mm) wird der Lack mit einem Kastenrakel in einer Naßfilmschichtdicke von etwa 110 µm aufgetragen. Der Lack wird in einem Durchlaufofen auf eine maximale Metalltemperatur von 10 250°C in etwa 45 s erwärmt und danach in Wasser abgeschreckt.

Die Trockenfilmdicke des Decklackes beträgt 45 µm.

Die erhaltene Beschichtung wurde anwendungstechnischen Prüfungen unterzogen. So ergab der MEK-Test > 100 15 Dh (=Vernetzungstest: Anzahl der Doppelhübe (DH) mit einem Methylmethylethylketon getränkten Wattebausch bis zur Zerstörung des Films). Der T-Bend-Test ergab 0–0,5 (Flexibilitätstest gem. ECCA T7) und der Reverse Impact-Test ergab einen Wert über 18 J. 20

Auch wurde festgestellt, daß die Haftung, die UV-Beständigkeit in Kurzbewitterungstests (WOM, UVCON) und die Korrosionsbeständigkeit des Lackes ausgezeichnet waren.

Patentansprüche

25

1. Verfahren zur Beschichtung von Substraten im Bandlackierverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß eine bei Raumtemperatur lagerstabile hitzehärtbare Be- 30 schichtungszusammensetzung, enthaltend

- A) ein oder mehrere Bindemittel mit mindestens im Mittel zwei OH-Gruppen pro Molekül,
- B) eine oder mehrere endständig blockierte, Uret- 35 diongruppen aufweisende Disocyanatverbinding(en), deren Uretidiongruppen in der Hitze in die entsprechenden Isocyanate rückspaltbar sind und
- C) gegebenenfalls weitere geeignete Komponen- ten eingesetzt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich- 40 net, daß als OH-gruppenhaltiges Bindemittel ein Polyester- und/oder ein Alcydharz eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekenn- 45 zeichnet, daß als Komponente B ein Polyuretdion auf Basis von aliphatischen Diisocyanaten eingesetzt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, da- 50 durch gekennzeichnet, daß als Komponente B eine Urethan- und/oder Harnstoffgruppen enthaltende Po-

lyuretdionverbindung eingesetzt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, da- 55 durch gekennzeichnet, daß als Komponente C Kataly- satoren, Füllstoffe, Pigmente, Lichtschutzmittel und/ oder Lösemittel eingesetzt werden.

55

60

65

- Leerseite -